

⑬日本国特許庁
公開特許公報

⑪特許出願公開
昭53—95693

⑤Int. Cl.²
G 01 N 21/00

識別記号

⑥日本分類
113 A 31

庁内整理番号
7458—23

④公開 昭和53年(1978)8月22日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

④発光分光分析装置

①特 願 昭52—10155

②出 願 昭52(1977)1月31日

⑦発明者 加藤勲

京都市中京区西ノ京桑原町1番
地 株式会社島津製作所三条工
場内

⑦発明者 服部秀雄

京都市中京区西ノ京桑原町1番
地 株式会社島津製作所三条工
場内

⑧出願人 株式会社島津製作所

京都市中京区河原町通二条下ル
一ノ船入町378番地

⑨代理人 弁理士 武石靖彦

明 細 書

1. 発明の名称 発光分光分析装置

2. 特許請求の範囲

試料と対電極との間で放電発光させ、この光を分光分析するものにおいて発光室内の対電極の先端部に、アルゴンガスをアルゴンガスジェットとして試料面上に吹きつけるためのノズル部を設けるとともに発光室内には他の置換用の不活性ガスが導入されるようにしたことを特徴とする発光分光分析装置。

3. 発明の詳細な説明

この発明は真空形発光分光分析装置、特にその発光部(座)の構成に関するものである。

従来の真空形発光分光分析装置の発光室は第1図のごとく構成されている。すなわち図において(1)は真空形発光分光分析装置の発光室であり、分光室(2)とはレンズ(3)を介して隣接して設けられている。

(4)は、発光室(1)の開口(5)上に設置される試料で

あり、(6)はこの試料(4)に対向し、試料との間で放電をする対電極である。

(7)は発光室(1)の分光室(2)側からのアルゴンガス導入路(管)、(8)は対電極(6)の周囲からのアルゴンガス導入路(管)、(9)は発光室(1)の分光室(2)と反対側に設けられた⁽⁷²⁾アルゴンガス)排出路(管)2字挿入である。

以上の構成において発光室(1)内をアルゴンガス(一定圧力、一定流量)で置換してのち、試料(4)と対電極(6)間で放電が行なわれ、発生した光は、レンズ(3)を介して分光室(2)内で分光され、その各スペクトルから含有物質の定性あるいは定量が行なわれるのである。

しかし、従来のこの発光室の構成にあつては試料上の放電面積を小さなある大きさに規制することが困難で放電面積が大きく、よつて試料上の特定の箇所を精密に分析することが不可能であつた。なお、対電極も移動させて放電ギャップを変えて放電面積を少しの範囲において変えたり、絶縁物で試料面を覆つて放電面積を規

制することはできるが、これらの方策では光を有効に取り出すことができなかつた。すなわち理想的には分光室からみて光源(放電発光)が一定強度の点光源であることが、その分析精度上、さらには光を有効利用する上から望ましいのであるが、従来の構成は満足すべきものではなかつたのである。

また発光室内に浸す雰囲気ガスとしてのアルゴンガスは高純度のものを使用しているが発光室内の汚れ、空気のたまり、等があるとアルゴンガスの純度が低下して放電が不安定になり試料の蒸発量が低下する等の欠点も存在していた。

この発明は従来の上記のごとき欠点を除却するため放電面積を小さくし、つまりできるだけ点光源に近づけるとともに試料面を高純度のアルゴンガスを細く絞ってアルゴンジェットとして吹き当て、このアルゴンジェットから成るアルゴン柱内で放電させ、この放電を安定させることを目的とするもので、対電極の先端部にアルゴンガスをアルゴンジェットとして試料面

上に吹きつけるためのノズル部を有し、このアルゴンジェットを吹きつけながら放電発光させるとともに発光室内へは他の置換用の不活性ガスが導入されることを特徴とする発光分光分析装置であり、以下図面に従ってこの発明を説明してゆく。

第2図、および第3図はこの発明の放電室内の放電部を図示したもので、第1図と同一符号は同一のものを示す。

この第2図において、(8)はアルゴンガス導入路(管)で、これは発光室内では細い形状の対電極(6)をその中心部に有し、対電極の先端部では図のように対電極と導入管とでノズル部(10)を構成している。よってアルゴンガスはノズルから噴出し、アルゴンガスジェットとして試料面上に吹きつけられ、ここに円柱状のアルゴンガス柱が形成され、このアルゴン柱が放電路となるのである。

一方この構成にあつては分光室側からは矢印のごとく放電しにくい気体、または外部の光を

吸収しない気体の例えば窒素ガス N_2 が導入され発光室内のアルゴンガスと雰囲気ガスのこの窒素ガスとはガス排出路(管)(9)によって排出される。

また第3図においては対電極(6)を中空管として構成し、この管をアルゴンガス導入管(8)として兼用しようとするもので、この先端部でもやはりノズル部(10)を構成している。

一方この第3図の構成にあつては、この対電極(6)を中心とする窒素ガス導入路(管)(9)が設けられ、この導入管(9)も対電極の先端部ではやはりもう一つのノズル部(10)を形成している。

以上の第2図、第3図の構成において窒素ガスで放電室内を置換したのち、ノズル部(10)からアルゴンガスを噴出させながら放電すると放電路はアルゴンジェットから成るアルゴンガス柱のみに形成される(アルゴンガスは励起されやすく放電が容易に行なえるが窒素ガス中では放電起り難い)。

すなわちアルゴンジェット自体を細く安定なも

のにすれば、このジェットから成るアルゴンガス柱によって形成される放電路はやはり規制された細い安定なものとなるゆえ、光源として安定し、分析精度上非常に効果が発揮されるのである。

第2図においては、窒素ガス雰囲気中でアルゴンジェットから成るアルゴンガス柱により安定な放電路が形成され、また第3図においては窒素ガス導入管(9)からノズル部(10)を介して強制的に噴出される窒素ガス N_2 によって対電極の先端部のノズル(10)によって形成されるアルゴン柱がさらにこの窒素ガスでその外周がシールドされるようになるため、第2図のものより、さらに安定な細いアルゴン柱、すなわち放電路が形成される。

以上のようにアルゴンジェットを試料面上に吹きつけながら放電発光させることにより放電路は、非常に細いものが得られ試料面の小面積の分析が可能となり、第2図の構成における実験結果においては放電間隔を $5\text{mm} \sim 6\text{mm}$ にわた

り変化させても試料面上の放電(分析)面の大きさは、直径約1mm~1.5mm程度の大きさに規制することができ、従来の $\frac{1}{20}$ ~ $\frac{1}{30}$ までに小さくすることができた。

この結果、上記のごとく小面積の分析が可能であるとともに小さな試料も使用することができ、よって分析精度も向上し、発光室のガス純度に左右されずに安定な放電が可能となるのである。なお、上記第2図の実施例では対電極の先端がノズル部より突出した形状となっているが第4図に示すノズル部のごとく対電極(6)を突出させずに導入路(管)内に引っ込め、この先端のノズル部88からアルゴンガスを噴出させるような構成も考えられる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の発光室の構成を示す図、第2図、第3図はこの発明の発光室の構成を示す図、第4図は第2図の対電極の先端部のノズル部の他の実施例を説明する図である。

(1) 発光室

(2) 分光室

(3) レンズ

(4) 試料

(5) 開口

(6) 対電極

(7)(8) アルゴンガス導入路(管)

(9) ガス排出路(管) 88 89 ノズル部

88 89 窒素ガス導入路(管)

特許出願人 株式会社 島 津 製 作 所

代理人 弁護士 武 石 晴 彦

